

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 3 年 2 月 2 5 日

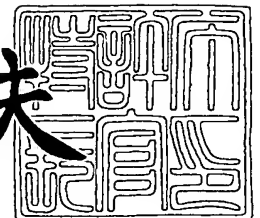
出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 0 4 7 9 8 0
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 0 4 7 9 8 0]

出 願 人
Applicant(s): 株式会社アライドマテリアル

2 0 0 4 年 1 月 2 0 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 M-9886

【提出日】 平成15年 2月25日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C23C 4/10
C22C 27/04

【発明者】

【住所又は居所】 富山県富山市岩瀬古志町 2 番地 株式会社アライドマテリアル富山製作所内

【氏名】 深谷 芳竹

【発明者】

【住所又は居所】 富山県富山市岩瀬古志町 2 番地 株式会社アライドマテリアル富山製作所内

【氏名】 吉田 泰

【発明者】

【住所又は居所】 富山県富山市岩瀬古志町 2 番地 株式会社アライドマテリアル富山製作所内

【氏名】 加藤 昌宏

【特許出願人】

【識別番号】 000220103

【氏名又は名称】 株式会社アライドマテリアル

【代理人】

【識別番号】 100071272

【弁理士】

【氏名又は名称】 後藤 洋介

【選任した代理人】

【識別番号】 100077838

【弁理士】

【氏名又は名称】 池田 憲保

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012416

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9708451

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料とそれを用いた焼成用板

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 モリブデン、タングステン、モリブデン基及びタングステン基合金の内的一种を備えた金属材料に於いて、少なくとも一つの面にアルミナ (Al_2O_3)、シリカ (SiO_2)、ジルコニア (ZrO_2)、イットリア (Y_2O_3)、チタニア (TiO_2)、マグネシア (MgO)、及びカルシア (CaO) のうちこれらの少なくとも一種または 2 種以上の酸化物を混合したものが溶着された酸化物層を備え、前記酸化物層は、前記少なくとも一つの面全体を覆うことで、下地素材の露出していない酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項 2】 請求項 1 記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物粉末の内の少なくとも 1 種の酸化物粉末の粒度が $10\mu m$ 以下であり、当該粉末の粒度に依存した温度で熱処理することにより得られたことを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項 3】 請求項 1 記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料に於いて、前記酸化物皮膜層の厚さが $10\sim 300\mu m$ であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項 4】 請求項 1 記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物皮膜層の表面がポーラス状であり、その表面粗さが $Ra\ 20\mu m$ 以下、 $Rmax\ 150\mu m$ 以下であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項 5】 請求項 1 記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記金属材料は、板形状を備え、母材となる板の表面状態において、その表面粗さが $Ra\ 20\mu m$ 以下、 $Rmax\ 150\mu m$ 以下であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項 6】 請求項 1 乃至 5 の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記金属材料は焼成に用いられることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた焼成用板。

【請求項 7】 少なくとも一つの面にアルミナ (Al_2O_3)、シリカ (S

i O₂)、ジルコニア (Z r O₂)、イットリア (Y₂ O₃)、チタニア (T i O₂)、マグネシア (M g O)、及びカルシア (C a O)のうちこれらの少なくとも一種または2種以上の酸化物を混合したものが溶着されている板材であって、前記板材の組成が純度99.9%以上の耐高温変形特性を有するモリブデン板で、当該モリブデン板の内部に含まれる円板状結晶粒の大きさが円板面の短径に対する長径の比が4以下で、その円板面の大きさが直径15～150mmであり、且つ厚さ方向の大きさが材料厚さの1/5以上の結晶粒により形成されていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項8】 少なくとも一つの面以上にアルミナ (A l₂ O₃)、シリカ (S i O₂)、ジルコニア (Z r O₂)、イットリア (Y₂ O₃)、チタニア (T i O₂)、マグネシア (M g O)、及びカルシア (C a O)のうちこれらの少なくとも一種または2種以上の酸化物を混合したものが溶着されている板材であって、板材の組成が、重量比で0.1～1.0%未満のランタン又はランタン酸化物と残部がモリブデンからなり、実質的に一定方向に伸長してなる組織を有し、高温における変形量の少ないことを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項9】 請求項7記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記板材の組織が、一定方向に伸長して再結晶化しているインターロッキング構造を呈する結晶粒子を有し、加工性及び耐高温変形性に優れていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項10】 請求項7乃至9の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記金属材料は焼成に用いられることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた焼成用板。

【請求項11】 請求項1～5及び7～9の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物皮膜層はプラズマ溶射により形成されていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項12】 請求項1～5及び7～9の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物皮膜層は、溶着する酸化物をスラリー状にし塗布またはスプレー乾燥後、溶着する酸化物の粒度に依存し

た温度で焼き付け溶融処理を施すことにより板材表面に形成されていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項 13】 請求項 1～5 及び 7～9 の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物皮膜層は、耐高温接着剤により酸化物皮膜を形成し、熱処理を施すことで溶着させて形成されていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項 14】 請求項 1, 7 及び 8 の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、溶着する酸化物をスラリー状にし塗布またはスプレー乾燥後、溶着する酸化物の粒度に依存した温度で焼き付け溶融処理を施すことにより、板材表面に酸化物皮膜層を形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法。

【請求項 15】 請求項 1, 7 及び 8 の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、前記酸化物皮膜層をプラズマ溶射により形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法。

【請求項 16】 請求項 1, 7 及び 8 の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、耐高温接着剤により酸化物皮膜を形成し、熱処理を施すことで溶着させて前記酸化物皮膜層を形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法。

【請求項 17】 請求項 1, 2, 7 及び 8 の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、少なくとも 1 種の酸化物粉末の粒度が $10\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法。

【請求項 18】 請求項 14 乃至 17 の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法において、前記酸化物皮膜を備えた高融点材料が焼成に用いられることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた焼成用板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、部品を焼結する際に用いる酸化物皮膜層を備えた焼成用板とその製造方法及び酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料とその製造方法に関する。

【0 0 0 2】**【従来の技術】**

近年、金属射出成形 (Metal Injection Molding、以下MIMと呼ぶ) による鉄系、銅系、タングステン系の焼結材料及び部品の生産が実用化され、それに伴い焼成用板への機能要求が高まってきた。

【0 0 0 3】

従来では、焼成用板はアルミナ、シリカなどの耐火物を使用される場合が多い。

【0 0 0 4】

しかし、アルミナ、シリカなどの耐火物では熱衝撃や被焼成物による重量変形に耐えるために板厚さを、例えば、10～15mmにしなければならない。また、この厚い耐火物を使用すると焼成物の積載、焼結量が限定される上に焼結時の炉の昇降温に膨大なエネルギーを必要としていた。

【0 0 0 5】

これらを解決する為に、板厚さが薄く焼成物の積載量体積を増量出来、且つ従来の耐火物の特性を維持している焼成用板が要求されてきた。

【0 0 0 6】

モリブデン、タングステン等の高融点金属材料からなる板材は、耐火物としての特性には優れている。

【0 0 0 7】

従来、耐熱性を備えた板材としては、特許文献1、特許文献2、及び特許文献3に提案されたモリブデン板がある。ここで、特許文献1においては、ドーパ剤を添加しない純モリブデン材料であって、円板面の大きさが15mm～150mmで、厚さ方向に厚さの1/5以上を占める結晶粒を備えたモリブデン板が開示されている。

【0 0 0 8】

また、特許文献 2 及び 3 においては、板厚方向と実質的に垂直方向に配列したランタン酸化物を含む Mo 板が開示され、特に、特許文献 3 には、結晶粒子がインターロッキング構造を呈しているものが開示されている。

【0 0 0 9】

しかしながら、モリブデン板材を MIM 等の焼成用に MIM 成形品と接触させて用いたときには、モリブデン板材表面に被処理物が溶融付着してしまい、焼成部品として歩留まりが極めて悪いものであった。

【0 0 1 0】

そのために、モリブデン表面に接着防止層を備えたモリブデン板が提案されている（例えば、特許文献 4 及び 5、参照）。ここで、特許文献 4 には、ランタン又はランタン酸化物をドーピングした Mo 板材料を Al、Cr、Ti の内の少なくとも一種とアルミナとの混合粉末中に埋め込んで還元熱処理を行うことで、Mo 板材料の表面に金属元素を拡散させた後、酸化雰囲気中で熱処理することで、表面に接着防止層としての酸化物層を形成したものが開示されている。

【0 0 1 1】

また、特許文献 5 には、純 Mo 板表面に、アルミナ等のセラミックスのプラズマ溶射法によって、モリブデン粉末と、これに続くアルミナ粉末の溶射によって、モリブデン表面に、モリブデンとアルミナの複合層を介してアルミナ層を形成することが開示されている。

【0 0 1 2】

【特許文献 1】

特開昭 6 1 - 1 4 3 5 4 8 号公報

【0 0 1 3】

【特許文献 2】

特開昭 6 3 - 1 5 7 8 3 2 号公報

【0 0 1 4】

【特許文献 3】

特開昭 6 3 - 1 9 2 8 5 0 号公報

【0 0 1 5】

【特許文献 4】

特開 2 0 0 2 - 4 7 5 8 1 号公報

【0 0 1 6】

【特許文献 5】

特許第 2 7 6 4 0 8 5 号公報

【0 0 1 7】

【発明が解決しようとする課題】

従来では、MIMなどによる鉄系、銅系、タングステン系の材料及び部品は焼結する際に使用する板として、アルミナ、シリカなどの耐火物が使用される場合とモリブデン、タングステンなどの耐高温材料が使用される場合とがある。

【0 0 1 8】

前者のアルミナ、シリカなどの耐火物が使用される場合は、熱衝撃や被焼成物による重量変形に耐えるために板厚さを例えば 1 0 ～ 1 5 mm にしなければならなかった。そのため、板厚が厚いと被焼成物のチャージ量が減少するのと、焼結時の昇温には多大なエネルギーを要するのに加え、冷め難く冷却に長時間要するという問題があった。

【0 0 1 9】

後者では、焼結時に被焼成物と板が接着するため、アルミナ (Al_2O_3) などの粉末やシート状のものを介在し使用していたが、アルミナ粉などが、被焼成物に焼き着いたりして作業前後の処置に多大な労力を要していた。

【0 0 2 0】

また、モリブデン板は大気中で 5 0 0 ℃ 以上に加熱されるとその酸化が著しく、大気中での焼成に使用できなかった。

【0 0 2 1】

また、被処理物の溶融付着の防止のために、上記特許文献 4 及び 5 に示されるように、夫々モリブデン板材表面に、被処理物の溶融付着を防止を目的としたセラミック層もしくは酸化物層を形成したのもも提案されているが、その工程が複雑で手間がかかるものであった。

【0 0 2 2】

また、複数の表面層の最上層にMoがある場合は、MIM製品と熔融付着してしまう。更に下地にMoを含む層を溶射している為、最上層にMoが無い層を作製しても、Moが拡散などにより最表面に出易く、MIM製品との熔融付着防止の効果が得られない場合がある。

【0023】

そこで、本発明の一技術的課題は、MIM製品焼成時に被処理物の熔融付着を防止する機能を有し板厚さを薄くすることで、加熱及び冷却に使われるエネルギーを大幅に節約することが可能で経済的効果が大きい高融点金属材料とその製造方法とを提供することにある。

【0024】

また、本発明のもう一つの技術的課題は、酸化物皮膜をポーラスで且つ平滑にすることで脱バインダー性と焼結性の両方の機能を持たせることが出来る高融点金属材料とその製造方法とを提供することにある。

【0025】

また、本発明の別のもう一つの技術的課題は、アルミナ等の粉末状の接着防止剤が製品に付着することがなく、後処理が不要となり経済的効果がある焼成用板を提供することにある。

【0026】

また、本発明の別の一つの技術的課題は、下地素材が鉄系材料を焼結する際に、それに含まれるNiなどの成分と反応することがなく、板材の性能を劣化させることがない焼成用板を提供することにある。

【0027】

また、本発明のさらに、もう一つの技術的課題は、大気中でも使用可能となるモリブデン等の板材を用いた高融点金属材料とその製造方法とそれを用いた焼成用板を提供することにある。

【0028】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために、本発明では、下地素材が露出していない酸化物皮膜層を備えた焼成用板を得る為に、少なくとも1種の酸化物粉末の粒度を 10μ

m以下にすることで、酸化物の焼結性が向上し、融点以下の温度で酸化物層を緻密に密着させるものである。

【0029】

本発明によれば、モリブデン、タングステン、モリブデン基及びタングステン基合金の内の一種を備えた金属材料に於いて、少なくとも一つの面にアルミナ (Al_2O_3)、シリカ (SiO_2)、ジルコニア (ZrO_2)、イットリア (Y_2O_3)、チタニア (TiO_2)、マグネシア (MgO)、及びカルシア (CaO) のうちこれらの少なくとも一種または2種以上の酸化物を混合したものが溶着された酸化物層を備え、前記酸化物層は、前記少なくとも一つの面全体を覆うことで、下地素材の露出していない酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【0030】

また、本発明によれば、前記酸化物層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物粉末の内の少なくとも1種の酸化物粉末の粒度が $10\mu\text{m}$ 以下であり、当該粉末の粒度に依存した温度で熱処理することにより得られたことを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【0031】

また、本発明によれば、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料に於いて、前記酸化物皮膜層の厚さが $10\sim 300\mu\text{m}$ であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【0032】

また、本発明によれば、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物皮膜層の表面がポーラス状であり、その表面粗さが $R_a 20\mu\text{m}$ 以下、 $R_{max} 150\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【0033】

また、本発明によれば、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記金属材料は、板形状を備え、母材となる板の表面状態において、その表面粗さが $R_a 20\mu\text{m}$ 以下、 $R_{max} 150\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする酸化物

皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【0 0 3 4】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの高融点金属材料において、前記金属材料は焼成に用いられることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた焼成用板が得られる。

【0 0 3 5】

また、本発明によれば、少なくとも一つの面にアルミナ (Al_2O_3)、シリカ (SiO_2)、ジルコニア (ZrO_2)、イットリア (Y_2O_3)、チタニア (TiO_2)、マグネシア (MgO)、及びカルシア (CaO) のうちこれらの少なくとも一種または2種以上の酸化物を混合したものが溶着されている板材であって、前記板材の組成が純度 99.9% 以上の耐高温変形特性を有するモリブデン板で、当該モリブデン板の内部に含まれる円板状結晶粒の大きさが円板面の短径に対する長径の比が4以下で、その円板面の大きさが直径 15 ~ 150 mm であり、且つ厚さ方向の大きさが材料厚さの 1/5 以上の結晶粒により形成されていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【0 0 3 6】

また、本発明によれば、少なくとも一つの面以上にアルミナ (Al_2O_3)、シリカ (SiO_2)、ジルコニア (ZrO_2)、イットリア (Y_2O_3)、チタニア (TiO_2)、マグネシア (MgO)、及びカルシア (CaO) のうちこれらの少なくとも一種または2種以上の酸化物を混合したものが溶着されている板材であって、板材の組成が、重量比で 0.1 ~ 1.0 % 未満のランタン又はランタン酸化物と残部がモリブデンからなり、実質的に一定方向に伸長してなる組織を有し、高温における変形量の少ないことを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【0 0 3 7】

また、本発明によれば、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記板材の組織が、一定方向に伸長して再結晶化しているインターロッキング構造を呈する結晶粒子を有し、加工性及び耐高温変形性に優れていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【0 0 3 8】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの高融点金属材料において、前記金属材料は焼成に用いられることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた焼成用板が得られる。

【0 0 3 9】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、前記酸化物皮膜層をプラズマ溶射により形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法が得られる。

【0 0 4 0】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物皮膜層は、溶着する酸化物をスラリー状にし塗布またはスプレー乾燥後、溶着する酸化物の粒度に依存した温度で焼き付け熔融処理を施すことにより板材表面に形成されていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【0 0 4 1】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物皮膜層は、耐高温接着剤により酸化物皮膜を形成し、熱処理を施すことで溶着させて形成されていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【0 0 4 2】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、溶着する酸化物をスラリー状にし塗布またはスプレー乾燥後、溶着する酸化物の粒度に依存した温度で焼き付け熔融処理を施すことにより、板材表面に酸化物皮膜層を形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法が得られる。

【0 0 4 3】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、前記酸化物皮膜層をプラズマ溶射により形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法が得られる。

【0 0 4 4】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、耐高温接着剤により酸化物皮膜を形成し、熱処理を施すことで溶着させて前記酸化物皮膜層を形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法が得られる。

【0 0 4 5】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、少なくとも1種の酸化物粉末の粒度が $10\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法が得られる。

【0 0 4 6】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法において、前記酸化物皮膜を備えた高融点材料が焼成に用いられることを特徴とする酸化物皮膜を備えた焼成用板の製造方法が得られる。

【0 0 4 7】

【発明の実施の形態】

まず、本発明を更に詳しく説明する。

【0 0 4 8】

本発明では、高融点金属材料として、耐高温材料であるモリブデン、タングステン及びそれらの合金にアルミナ (Al_2O_3)、シリカ (SiO_2)、ジルコニア (ZrO_2)、イットリア (Y_2O_3)、チタニア (TiO_2)、マグネシア (MgO)、カルシア (CaO) のうち、これらの少なくとも一種または2種以上を混合した酸化物粉末が溶着されて酸化物皮膜層が形成されており、また、その溶着面は下地素材であるモリブデン (Mo)、タングステン (W)、及びそれらの合金が完全に被覆されている構成である。

【0 0 4 9】

この溶着方法としては、高温処理による焼き付け、溶射または耐高温接着剤による付着方法がある。これにより、耐高温変形材料を使用することで板厚は、従来のアルミナ、シリカなどの耐火物では $10\sim 15\text{mm}$ であったのに対し、本発

明では、1～2 mm程度で可能となり被焼成物との接触部分には、前記酸化物が Mo 板上に強固に付着しているものである。この際使用する酸化物のうち少なくとも 1 種の酸化物粉末の粒度を $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下にすることで、酸化物の焼結性が向上し、融点以下の温度でも Mo 板に酸化物層を緻密に密着させることが出来る。

【0050】

本発明の実施の形態において、高融点金属材料として Mo 焼成用板を例示するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0051】

図 1 乃至図 3 は本発明の焼成用板の酸化物皮膜層の溶着面の一例の組織を示す顕微鏡写真（150 倍）であり、図 1 は粗粒粉酸化物（ $\text{Al}_2\text{O}_3 - 43\text{wt}\% \text{ZrO}_2$ ）による溶着面の状態を示している。また、図 2 は微粒粉酸化物（ $\text{Al}_2\text{O}_3 - 43\text{wt}\% \text{ZrO}_2$ ）による溶着面の状態を示している。図 3 は微粒粗粒混合酸化物（ $\text{Al}_2\text{O}_3 - 43\text{wt}\% \text{ZrO}_2$ ）による溶着面の状態を示している。

【0052】

図 1 乃至図 3 に示すように、付着している前記酸化物の表面はポーラス状または被焼成物との接触部にガスが侵入できる程度の隙間を形成することができる。

【0053】

図 4、図 5 は溶着面の表面粗さ（ Al_2O_3 ）を示す図で、図 4 は未研磨面であり、図 5 は研磨面である。図 6 は図 5 の溶着面の状態を示す写真である。図 7（a）及び（b）は MIM 焼結体への皮膜表面粗さの影響を示す模式図である。

【0054】

図 4 及び図 5 に示すように、固着している前記酸化物の表面は平滑度を呈していることが必要となる。図 6 及び図 7 に示すように、皮膜を研磨することが、更に良好な MIM 焼結体を得ることができる。図 7（a）に示すように、表面を研磨した本発明の試料 8（後に説明）とは異なり、図 7（b）に示す参考例にかかわる試料 17（後に詳しく説明）の場合、大きな凹凸があるため、MIM 焼結体に表面粗さが転写してしまい、製品として使用できないことがある。

【0055】

また、本発明では、熱温度が $1000^{\circ}\text{C}\sim 1850^{\circ}\text{C}$ 以下の高温領域で使用できる。また、これらの酸化物の表面は平滑で且つポーラスな状態を呈しており、平滑度は焼成時の収縮の抵抗を最小減に留め、ポーラスな状態は脱バインダー時のガス抜け効率を良くしている。

【0056】

また、前述したように、酸化物からなる酸化物皮膜層の溶着面は下地素材であるモリブデン、タングステン、モリブデン基及びタングステン基合金による金属材料を被覆している。

【0057】

ここで、本発明において、下地素材が露出していない被覆と、下地素材の露出が酸化物皮膜層の単位面積の1%以下であることを示している。その理由は、下地素材の露出が酸化物皮膜層の単位面積の1%以上である場合、非処理物との反応が進みやすく、溶融付着や、Mo板の特性を著しく低下させ易くなり、下地素材が実質的に露出していないとはいえないからである。

【0058】

従って、従来では鉄系材料の焼成においては、それに含まれるNiなどの成分が、焼成板を構成するMoと反応し、Mo板の性能を著しく劣化させていたが本発明では、Mo板等の素材の露出がないために、Mo板の性能劣化がなく使用可能とするものである。

【0059】

前述した特許文献5の「モリブデントレイおよびその製法」として示されている方法では、モリブデントレイに耐熱性セラミックスからなるコーティング層が形成されている構成を備えているが、その内容では、コーティング層はモリブデントレイや敷板などの部品同士の接着防止を目的としており、基板の全表面に形成する必要はなく、少なくとも使用時に他のトレイその他の物品に接触する部分に形成しておけばよいと記載されている。従って、被処理物の溶融付着を防止を目的としたものではない。

【0060】

これに対して、本発明では、接着防止は目的であり効果の一つでもあるが、さ

らに微粒の酸化物を用いることでその溶着面は下地素材であるモリブデン、タングステン、及びそれらの合金が完全に被覆され、基板と被焼成物との反応を防止する機能が加わる。

【0061】

又、前述した従来技術である特許文献5には、Mo板上へMo粉末とセラミック粉末を混合した溶射膜を作製し、最上層部が実質的に耐熱性セラミックスの層となっていることが望ましく、これにより被処理物や治具同士の接着防止を狙っている。このように複数層もしくは濃度勾配のついたコーティング層を作製する為にはコストがかさんでしまうという欠点を備えていた。

【0062】

これに対して、本発明では、使用する酸化物の少なくとも一つは酸化物粉末の粒度を $10\mu\text{m}$ 以下にする事で、酸化物の焼結性が向上し複数層重ねなくとも、特許文献5で示されるコーティング層の剥離強度 $15\sim 20\text{kg/mm}^2$ と同等で、且つ、表面にMoが露出が無く、被焼成物が接着しないコーティング層を得ることが出来る。

【0063】

又、前述した従来技術である特許文献5では、溶射したコーティング層を 1500°C 以上で熱処理すると記載されているが、モリブデン基板とコーティング層の熱膨張差で、溶射コーティング層に亀裂が入り下地が露出することがある。この亀裂により露出したMoと被焼成物が反応してしまい、板への接着または板材の性能が劣化することがあるという欠点を有した。特に、特許文献5中では原子炉用燃料の二酸化ウランや二酸化プルトニウムなどの酸化物ペレットの焼成に着目した発明であり、露出したMoへの影響は少ない。しかし、MIMなど金属製品の焼成や、金属及び酸化性雰囲気などMo板材に影響を及ぼすような雰囲気中での長期間繰り返し使用は出来ない。

【0064】

これに対して、本発明では、この基板の露出を防止し、幅広い材質の被焼成物、例えば、NiなどMoと反応しやすい成分を含む物も焼成出来、且つ経済的な焼成用板を提供することができるものである。

【0 0 6 5】

次に本発明の焼成用板の製造の具体例について図 8 を参照しながら、説明する。

【0 0 6 6】

なお、図 8 (a) 及び (b) は酸化物 (Al_2O_3) の粉末粒度における熱処理後の表面状態の比較写真である。

【0 0 6 7】

まず、本発明の試料 1 ~ 1 2 について説明する。

【0 0 6 8】

耐高温変形特性を有する高融点金属材料、例えばモリブデン板 (板厚み 1. 5 mm×巾 1 5 0 mm×長さ 3 0 0 mm) を表面の活性化と溶着物の密着性を向上させるためホーニングなどの方法で表面粗さを粗くし、ここではその表面粗さが $Ra\ 4\ \mu m$ 、 $Rmax\ 50\ \mu m$ とした。

【0 0 6 9】

溶着する酸化物の粉末を下記表 1 及び表 2 に示した組成で計量し、シェーカーミキサーまたはヘンシェルミキサーにより十分に混合した。ここで使用する酸化物粉末は図 8 (a) 及び (b) に示すように同一熱処理温度でも、酸化物の粒度により溶融状態が異なり、微粉末を用いることで溶融し易くなることが明らかになり、ここでは、使用する酸化物粉末のうち少なくとも 1 種類は $10\ \mu m$ 以下の微粉末を使用した。またここでの組成は使用温度等を考慮し任意に選ぶことが出来る。

【0 0 7 0】

次に、これらの粉末をアルコール中へ分散しスラリー状にして目的とするモリブデン板に吹付けなどにより均一に塗布した。

【0 0 7 1】

また、本発明の例における板反りの判定は J I S H 4 4 8 3 - 1 9 8 4 「3. 3 平たん度」に基づき判定を行った。

【0 0 7 2】

本発明の酸化物皮膜層において、種々の酸化物粉末に応じて、組成、熱処理条

件を変えることができる。

【0073】

例えば、表面層の組成がジルコニア 20 wt % (質量%) から 50 wt % (試料 2 では 43 %) で残部が実質的にアルミナからなり、1500℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼成用 Mo 板を得ることができる。

【0074】

また、表面層の組成がチタニア 1 wt % から 40 wt % (試料 3 では 2.5 %) で残部が実質的にアルミナからなり、1500℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼成用 Mo 板を得ることができる。

【0075】

また、表面層の組成がシリカ 20 wt % から 30 wt % (試料 4 では 22 %) で残部が実質的にアルミナからなり、1500℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼成用 Mo 板を得ることができる。

【0076】

また、表面層の組成がイットリア 5 wt % から 20 wt % (試料 5 では 6 %) で残部が実質的にジルコニアからなり、1800℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼成用 Mo 板を得ることができる。

【0077】

表面層の組成がマグネシア 25 wt % から 35 wt % (試料 6 では 29 %) で残部が実質的にアルミナからなり、1800℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼成用 Mo 板を得ることができる。

【0078】

また、表面層の組成がカルシア 4 wt % から 30 wt % (試料 7 では 29 %) で残部が実質的にアルミナからなり、1800℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼成用 Mo 板を得ることができる。

【0079】

また、試料 12 では、それぞれ別のスラリー状の酸化物を 1 層ずつ重ねて塗布、乾燥し 2 層の皮膜とした。この場合、密着性を向上させるため、第 1 層目は母

材となる板の熱膨張率に、より近い酸化物を選択するのが好ましく、最上層は被焼成物との反応性を考慮して選択するのが好ましい。

【0080】

本発明においては、例えばMo板では、第1層目はMoの熱膨張率約 $5.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ に近い $\text{Al}_2\text{O}_3-2.5\%\text{TiO}_2$ （熱膨張率約 $5.3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ）とした。

【0081】

塗布後は、溶着する酸化物の粒度に依存した温度、ここでは、 1500°C で2時間以上焼き付け処理を施すことで板表面の凹凸に食い込み、溶着させた。溶着した表面特性は、下記表1、2及び図8（a）及び（b）に示す写真に示すとおり平滑度とポラス状の両方を兼ね備えている板が作製できた。

【0082】

また、さらに酸化物皮膜の表面に研磨を施すことで、より平滑且つポラス状の酸化物皮膜を得ることが出来た。

【0083】

次に、参考例の試料13-19について説明する。

【0084】

試料13として本発明例と同様なMo板に $\text{Al}_2\text{O}_3-43\%\text{ZrO}_2$ の皮膜を $8\mu\text{m}$ 塗布し、本発明例と同様に焼付け処理を施したものを作製した。

【0085】

試料14として、本発明例と同様なMo板に $\text{Al}_2\text{O}_3-43\%\text{ZrO}_2$ の皮膜を $350\mu\text{m}$ 塗布、本発明例と同様に焼付け処理を施したものを作製した。しかし、Mo板から皮膜が剥離するとともに、数mm以上の反りが発生し、敷き板として使用できなかった。

【0086】

試料15として、本発明例と同様なMo板に $30\mu\text{m}$ の Al_2O_3 を使用し $\text{Al}_2\text{O}_3-43\%\text{ZrO}_2$ の皮膜を $100\mu\text{m}$ 塗布し、本発明例と同様に焼付け処理を施したものを作製した。

【0087】

試料 16 として本発明例と同様な Mo 板に $30\mu\text{m}$ の Al_2O_3 のみを使用した皮膜を $100\mu\text{m}$ 塗布し、本発明例と同様に焼付け処理を施したものを作製した。

【0088】

試料 17 として Mo 板の表面を更に粗し表面粗さを $R_a 21\mu\text{m}$ 、 R_{max} が $160\mu\text{m}$ とし、その表面に $\text{Al}_2\text{O}_3-43\%\text{ZrO}_2$ の皮膜を $100\mu\text{m}$ 塗布したものを作製した。

【0089】

試料 18 として本発明の例と同様な Mo 板に皮膜を塗布しないものを作製した。

【0090】

試料 19 として本発明例と同様な Mo 板に $30\mu\text{m}$ の Al_2O_3 と $3.5\mu\text{m}$ の Mo 粉末を使用し $\text{Al}_2\text{O}_3-50\%\text{Mo}$ の皮膜を $100\mu\text{m}$ 塗布し、本発明例と同様に焼付け処理を施したものを作製した。

【0091】

次に、比較試料 20-21 について説明する。

【0092】

比較例に係る試料 20 として、現状使用している厚さ 10mm の Al_2O_3 板を用意した。

【0093】

比較例に係る試料 21 として、組織制御していない Mo 板に $30\mu\text{m}$ の Al_2O_3 のみを使用した皮膜を $100\mu\text{m}$ 溶射により作製した。

【0094】

1 枚の板の上に直径 20mm 、高さ 10mm の Fe 系 MIM 成型体を 50ヶ並べ、板外周囲に高さ 15mm のスペーサーを並べ、同様の射出成型体の載った Mo 板を 6 段重ねた。その 6 段重ねた Mo 板を開口幅 170mm 、高さ 100mm のメッシュベルト炉に挿入し、水素雰囲気中 1350°C で、2 時間の焼結処理を行い、MIM 焼結体を得た。

【0095】

通常の Al_2O_3 板を使用した比較例に係る試料 2 0 と比べ製品のチャージ量が 1.5 倍となりまた、炉の電力使用量も約 7 0 % に低減することが出来た。

【0096】

焼結後得られた MIM 焼結体は Mo 板への被処理物の溶融付着無く、表面状態も良好であった。また、Mo 板も新たな反りは発生せず、皮膜の剥離も無く繰り返し使用が可能であった。

【0097】

上記参考例に係る試料 1 3、1 5 - 1 9 および比較例に係る試料 2 0、2 1 も同様に製品をのせ焼結処理を行った。ただし比較例に係る試料 2 0 は Al_2O_3 の板厚が厚い為、4 段重ねとした。

【0098】

その結果、参考試料 1 3 においては皮膜膜厚が薄いため、Mo が露出している部分があり MIM 焼結体が Mo 板に被処理物が溶融付着する部分が発生し、製品として使用できなかった。この試料を 1 5 0 倍のマイクロスコープで観察し、その画像を画像解析した結果、Mo 板の露出部分は単位面積の約 2 % であった。

【0099】

また、参考試料 1 5、1 6 においては皮膜に粗い粉末をのみ使用したため、Mo 板への密着性が悪く剥離しやすくなり、焼結体表面に皮膜が付着してしまい製品として使用できなかった。

【0100】

また、試料 1 7 においては MIM 焼結体表面に皮膜表面の粗さが転写してしまい製品として使用することが出来なかった。

【0101】

また、比較例に係る試料 1 8 においては皮膜が無い為、Mo と MIM 焼結体が被処理物が溶融付着してしまい製品として使用できなかった。

【0102】

また、試料 1 9 においては皮膜中及び表面に Mo が露出している為 MIM 焼結体が溶着してしまい製品として使用できなかった。

【0103】

また、比較例に係る試料 20 においては得られる MIM 焼結体は良好であるが、炉へのチャージ量が少なくまた電気使用量も多い為、コストアップとなってしまう。

【0104】

また、比較例に係る試料 21 においては Mo の組織を制御しておらず、更に粗い粉末のみを使用しているため、MIM 焼成中に新たな反りが発生すると共に、皮膜が剥離し MIM 焼結体に付着してしまうため、繰り返し使用することが出来なかった。

【0105】

なお、参考試料及び、比較例に係る試料においては Mo 板への被処理物の溶融付着の発生、Mo 板の新たな反り発生、皮膜の剥離などにより、繰り返し使用することが出来なかった。

【0106】

例えば、図 7 に示すように、本発明の試料 8 は、皮膜を研磨したものであるが、参考例にかかわる試料 17 の場合、大きな凹凸があるため、MIM 焼結体に表面粗さが転写してしまい、製品として使用できない。

【0107】

次に、本発明の例と同様に粒径約 $1\mu\text{m}$ のアルミナ (Al_2O_3) と $30\mu\text{m}$ のチタニア (TiO_2) を混合した粉末を使用し、溶射により皮膜を作製し 1500°C で 2 時間熱処理したところ下地の露出のない皮膜が得られ、これを使用して MIM 焼結体を作製したところ、本発明の例と同様に良好な MIM 焼結体を得ることができた。また、前記の他の酸化物も同様であった。

【0108】

また、本発明例と同様に $50\mu\text{m}$ の皮膜を作製した後、更に粒径約 $3\mu\text{m}$ のジルコニア (ZrO_2) と $30\mu\text{m}$ のイットリア (Y_2O_3) を混合した粉末を使用し、溶射により $50\mu\text{m}$ の皮膜を作製し 1500°C で 2 時間熱処理することで、トータル $100\mu\text{m}$ の皮膜を作製した。この板を使用して MIM 焼結体を作製したところ、本発明例と同様に良好な MIM 焼結体を得ることができた。また、更に前記の他酸化物の組み合わせでも同様であった。さらに、前記とは逆に本発

明の溶射による皮膜を先に作製した場合でも同様の結果であった。

【0 1 0 9】

また、本発明の例と同様に粒径約 $1\ \mu\text{m}$ のアルミナ (Al_2O_3) と $30\ \mu\text{m}$ ジルコニア (ZrO_2) を混合した粉末を使用し、これに耐熱性無機接着剤を混ぜて Mo 板に塗布したのち 1500°C で 2 時間熱処理したところ、上記同様に下地の露出のない皮膜が得られ、これを使用して MIM 焼結体を作製したところ、本発明の例と同様に良好な MIM 焼結体を得ることができた。また、前記の他酸化物も同様であった。

【0 1 1 0】

本発明例に係る試料 2 における $1\ \mu\text{m}$ のアルミナ (Al_2O_3) と $30\ \mu\text{m}$ ジルコニア (ZrO_2) 43% を溶着した Mo 板を用いて大気中での耐酸化テストを行った。酸化テストは、被覆品は全面被覆とし、脱バインダーが行われる条件 600°C 大気中 5 時間で行い、その時の Mo 板重量減量を消耗率とした。結果、コーティングを施さない 99.9% Mo 板では Mo の昇華が進み消耗率は 20 ~ 25% に達した。また、従来の溶射方法で作製した Mo 板では消耗率は 5 ~ 10% に達した。

【0 1 1 1】

これに対し、上記本発明の試料 2 における $1\ \mu\text{m}$ のアルミナ (Al_2O_3) と $30\ \mu\text{m}$ ジルコニア (ZrO_2) 43% を溶着した Mo 板では消耗率は 1% 未満であった。

【0 1 1 2】

上記実施の形態から明らかなように、少なくとも一種の粉末の粒度が $10\ \mu\text{m}$ 以下であることで、下地の露出のない皮膜が得られ耐酸化特性の優れる焼成用板を得ることができた。

【0 1 1 3】

次に、本発明の焼成用板の金属材料として、モリブデンの代わりにタングステンを用いて同様に検討した。その結果、下記表 3、4 に示すように、タングステンにおいてもモリブデンと同様の特性が得られた。なお、表中において、本発明例は試料 22-33、参考例に係る試料は、試料 34-40 である。

【0114】

【表1】

		板			皮 膜		
		材質、 厚み	Ra/Rmax (μm)	厚み (mm)	組 成	膜厚 (μm)	Ra/Rmax
本 発 明	1	Mo の組織 を制御し た板	4/50	1.5	(1 μm) Al_2O_3	100	6/75
	2				(1 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	100	4/50
	3				(1 μm) Al_2O_3 —2.5% TiO_2	100	4/50
	4				(1 μm) Al_2O_3 —22% SiO_2	100	5/60
	5				(3 μm) ZrO_2 —6% Y_2O_3	100	8/100
	6				(1 μm) Al_2O_3 —29% MgO	100	7/85
	7				(3 μm) ZrO_2 —29% CaO	100	5/60
	8				(1 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2 研磨品	100	4/40
	9				(1 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	10	4/50
	10					300	4/50
	11				微粒粗粒混合 Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	100	20/150
	12				下層：(1 μm) Al_2O_3 —2.5% TiO_2 上層：(3 μm) ZrO_2 —6% Y_2O_3	50 50	4/50
参 考 例	13	Mo の組織 を制御し た板	4/50	1.5	(1 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	8	4/50
	14				(1 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	350	4/50
	15				(30 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	100	18/130
	16				(30 μm) Al_2O_3	100	18/130
	17		21/160		(1 μm) Al_2O_3 —43% ZrO_2	100	21/160
	18		4/50		—	—	—
	19				Mo 粉末—50% (30 μm) Al_2O_3	100	18/130
比 較 例	20	Al_2O_3	2/15	10	—	—	—
	21	Mo の組織 を制御し ていない 板	4/50	1.5	(30 μm) Al_2O_3	100	18/130

【0115】

【表 2】

		炉への チャージ量	製品焼成後				耐久性試験 良好焼結回数
			板への溶着	皮膜層の状態	板反り	製品状態	
本 発 明	1	○ : 300 ケ	○	○	○	○	50
	2	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	3	○ : 300 ケ	○	○	○	○	80
	4	○ : 300 ケ	○	○	○	○	75
	5	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	6	○ : 300 ケ	○	○	○	○	75
	7	○ : 300 ケ	○	○	○	○	70
	8	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	9	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	10	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	11	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	12	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
参 考 例	13	○ : 300 ケ	×	○	○	×	3
	14	○ : 300 ケ	○	× (剥離)	×	—	0
	15	○ : 300 ケ	○	× (剥離)	○	× (皮膜付着)	0
	16	○ : 300 ケ	○	× (剥離)	○	× (皮膜付着)	0
	17	○ : 300 ケ	○	○	○	× (表面粗い)	0
	18	○ : 300 ケ	×	—	○	×	0
	19	○ : 300 ケ	×	×	○	×	0
比 較 例	20	△ : 200 ケ	○	○	○	○	100
	21	○ : 300 ケ	○	× (剥離)	×	× (皮膜付着)	5

【0116】

【表 3】

		板			皮 膜		
		材質、 厚み	Ra/Rmax (μm)	厚み (mm)	組 成	膜厚 (μm)	Ra/Rmax
本 発 明	22	W板	4/50	1.5	(1 μm) Al_2O_3	100	7/85
	23				(1 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	100	5/60
	24				(1 μm) Al_2O_3 —2.5% TiO_2	100	5/60
	25				(1 μm) Al_2O_3 —22% SiO_2	100	6/70
	26				(3 μm) ZrO_2 —6% Y_2O_3	100	9/110
	27				(1 μm) Al_2O_3 —29% MgO	100	8/95
	28				(3 μm) ZrO_2 —29% CaO	100	6/70
	29				(1 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2 研磨品	100	4/40
	30				(1 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	10	5/60
	31					300	5/60
	32				微粒粗粒混合 Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	100	20/150
	33				下層：(1 μm) Al_2O_3 —2.5% TiO_2 上層：(3 μm) ZrO_2 —6% Y_2O_3	50 50	4/50
参 考 例	34	W板	4/50	1.5	(1 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	8	4/50
	35					350	4/50
	36				(30 μm) Al_2O_3 —43% (30 μm) ZrO_2	100	20/150
	37				(30 μm) Al_2O_3	100	20/150
	38		21/160		(1 μm) Al_2O_3 —43% ZrO_2	100	21/160
	39		4/50		—	—	—
	40				Mo 粉末—50% (30 μm) Al_2O_3	100	18/130

【0117】

【表 4】

		炉への チャージ量	製品焼成後				耐久性試験 良好焼結回数
			板への溶着	皮膜層の状態	板反り	製品状態	
本 発 明	22	○ : 300 ケ	○	○	○	○	55
	23	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	24	○ : 300 ケ	○	○	○	○	85
	25	○ : 300 ケ	○	○	○	○	80
	26	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	27	○ : 300 ケ	○	○	○	○	80
	28	○ : 300 ケ	○	○	○	○	75
	29	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	30	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	31	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	32	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
	33	○ : 300 ケ	○	○	○	○	100
参 考 例	34	○ : 300 ケ	×	○	○	×	3
	35	○ : 300 ケ	○	× (剥離)	×	—	0
	36	○ : 300 ケ	○	× (剥離)	○	× (皮膜付着)	0
	37	○ : 300 ケ	○	○	○	× (表面粗い)	0
	38	○ : 300 ケ	×	—	○	×	0
	40	○ : 300 ケ	×	×	○	×	0

【0118】

【発明の効果】

以上、説明したように、本発明によれば、従来においては焼成用板としてアルミナ、シリカなどの耐火物を使用した場合は、板厚さが10～15mm程度必要とされていたが、例えばモリブデン板に酸化物を溶着した場合、1～2mm程度の板厚さで被処理物を焼結するという目的を達成することが出来、且つ、加熱及び冷却に使われるエネルギーを大幅に節約することが可能で経済的効果が大きい焼成用板を得ることができる。

【0119】

また、本発明によれば、酸化物皮膜をポーラスで且つ平滑にすることで脱バインダー性と焼結性の両方の機能を持たせることが出来る高融点金属材料と、その製造方法と、それを用いた焼成用板を得ることができる。

【0 1 2 0】

また、本発明によれば、酸化物が溶着されているため製品にアルミナなどが付着することがなく、後処理が不要となりまた焼結製品の品質も向上し経済的効果がある高融点金属材料とその製造方法とそれを用いた焼成用板を提供することができる。

【0 1 2 1】

また、本発明によれば、溶着面は下地素材であるモリブデン、タングステン、及びそれらの合金が露出していないで、従来では鉄系材料ではそれに含まれるNiなどの成分がMoと反応し、Mo板の性能を著しく劣化させていたが、本発明では前記構成によりMo板の性能劣化がなく使用できる高融点金属材料と、その製造方法と、それを用いた焼成用板を提供することができる。

【0 1 2 2】

また、本発明によれば、モリブデン板の場合、大気中では500℃以上で酸化が著しく使用できなかったが、全面に酸化物皮膜を溶着することで大気中でも使用可能となる高融点金属材料とその製造方法と、それを用いた焼成用板を得ることができる。この場合、好ましくは皮膜は50 μ mから300 μ mと厚いことが有効である。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の焼成用板の酸化物皮膜層の溶着面の状態を示す顕微鏡写真であり、粗粒粉酸化物 ($\text{Al}_2\text{O}_3 - 43 \text{ wt} \% \text{ZrO}_2$) による溶着面の状態を示している。

【図2】

本発明の焼成用板の酸化物皮膜層の溶着面の状態を示す顕微鏡写真であり、微粒粉酸化物 ($\text{Al}_2\text{O}_3 - 43 \text{ wt} \% \text{ZrO}_2$) による溶着面の状態を示している。

【図 3】

本発明の焼成用板の酸化物皮膜層の溶着面の状態を示す顕微鏡写真であり、微粒粗粒混合酸化物 ($\text{Al}_2\text{O}_3 - 43 \text{ wt} \% \text{ZrO}_2$) による溶着面の状態を示している。

【図 4】

溶着面の表面粗さ (Al_2O_3) を示す図で、未研磨面である。

【図 5】

溶着面の表面粗さ (Al_2O_3) を示す図で、研磨面である。

【図 6】

図 5 の溶着面の状態を示す顕微鏡写真である。

【図 7】

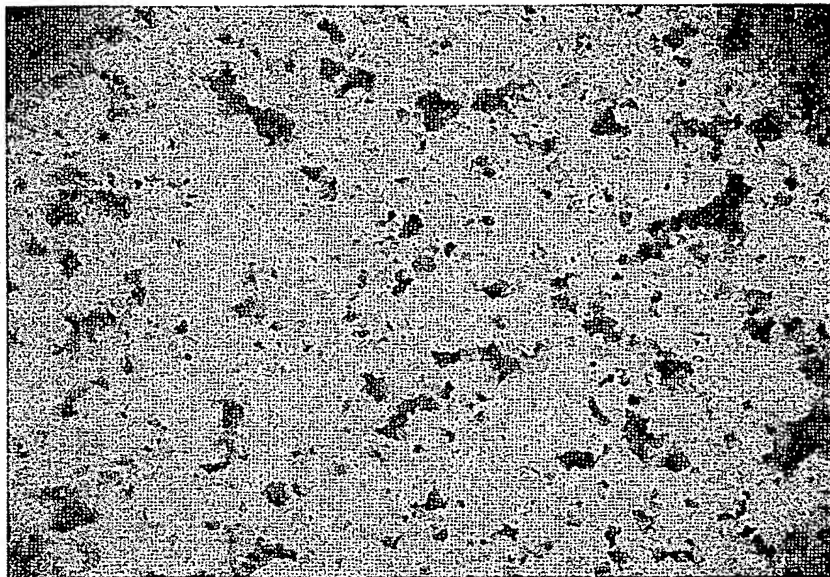
(a) 及び (b) は MIM 焼結体への皮膜表面粗さの影響を示す模式図で、(a) は本発明の試料 8、(b) は参考試料 17 を示している。

【図 8】

酸化物 (Al_2O_3) の粉末粒度における熱処理後の表面の組織の状態を示す比較写真で、(a) は $75 \mu\text{m}$ の熱処理温度 1800°C の場合を示し、(b) は $1 \mu\text{m}$ の熱処理温度 1800°C の表面状態を示す顕微鏡写真である。

【書類名】 図面

【図 1】

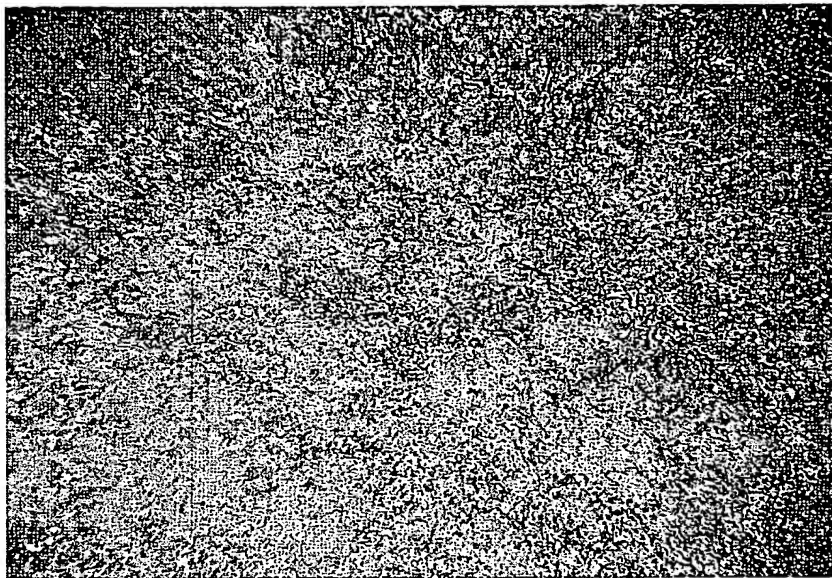


(×150)

粗粒粉酸化物による溶着面の状態
(Al_2O_3 -43wt% ZrO_2)

REST AVAILABLE COPY

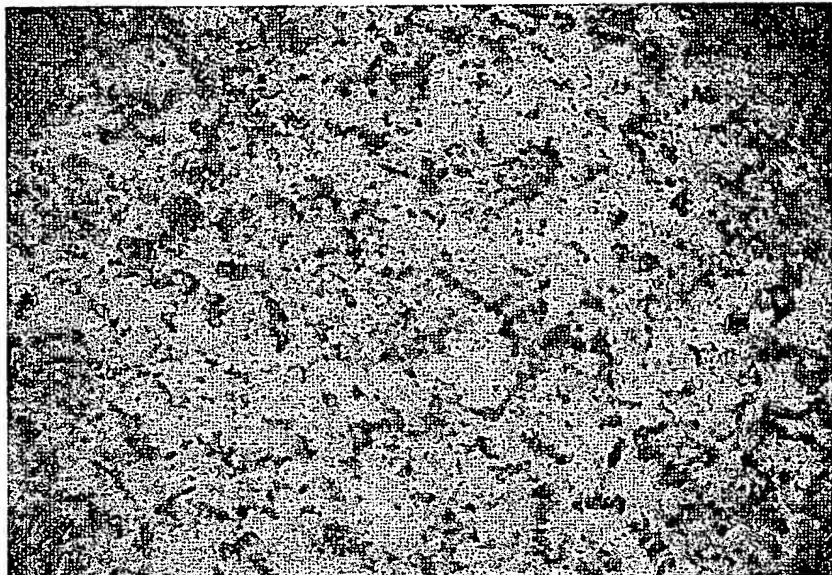
【図 2】



(×150)

微粒粉酸化物による溶着面の状態
(Al_2O_3 -43wt% ZrO_2)

【図 3】

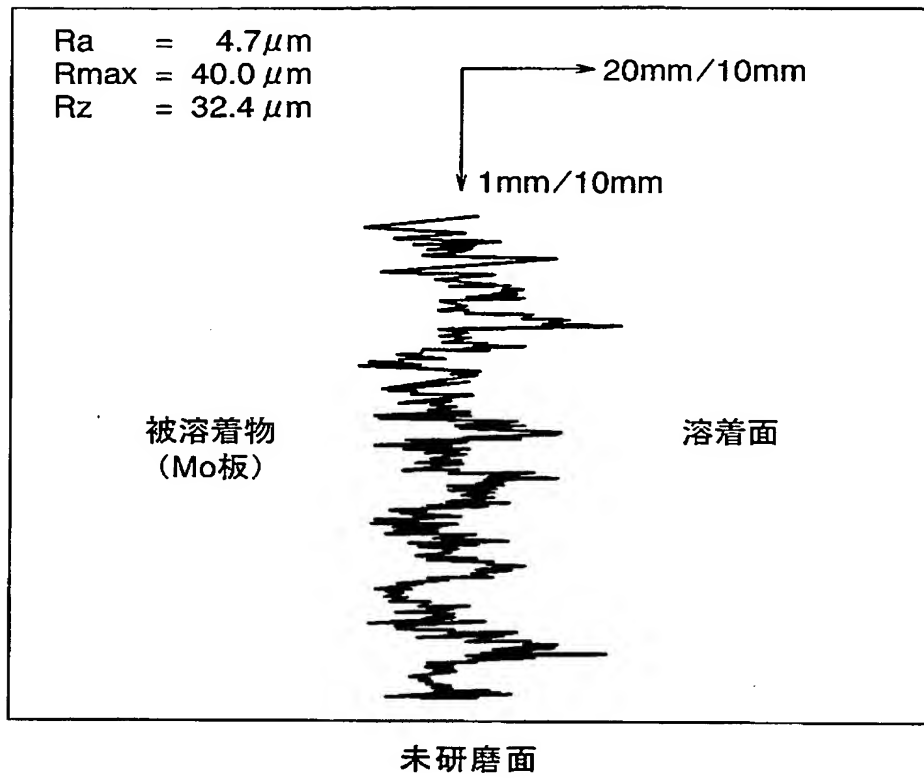


(×150)

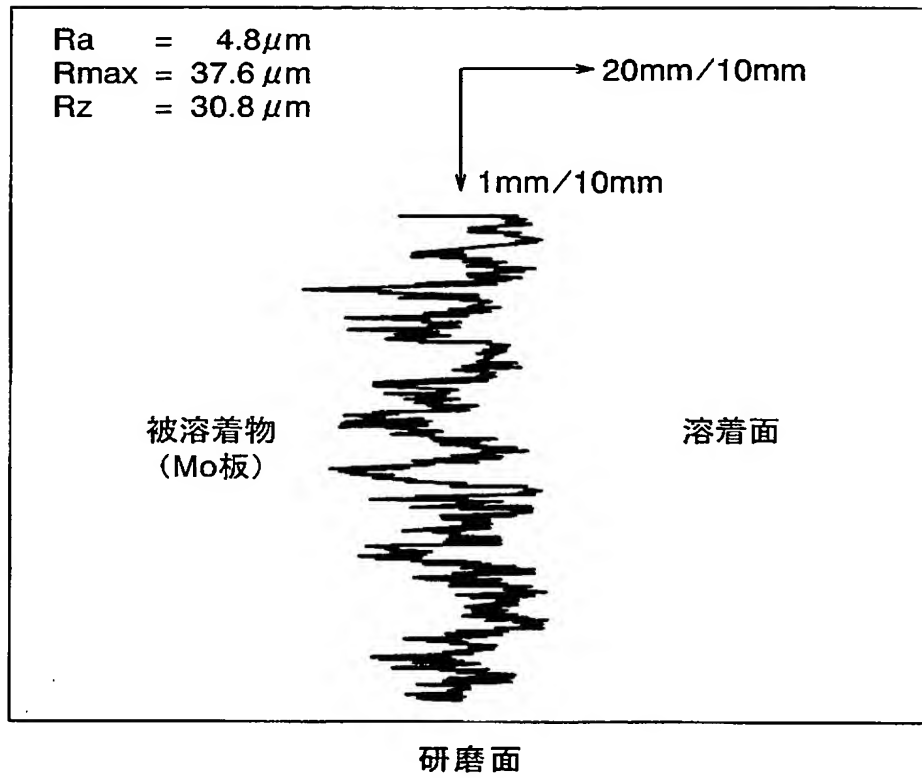
微粒粗粒粉混合酸化物による溶着面の状態
(Al_2O_3 -43wt% ZrO_2)

BEST AVAILABLE COPY

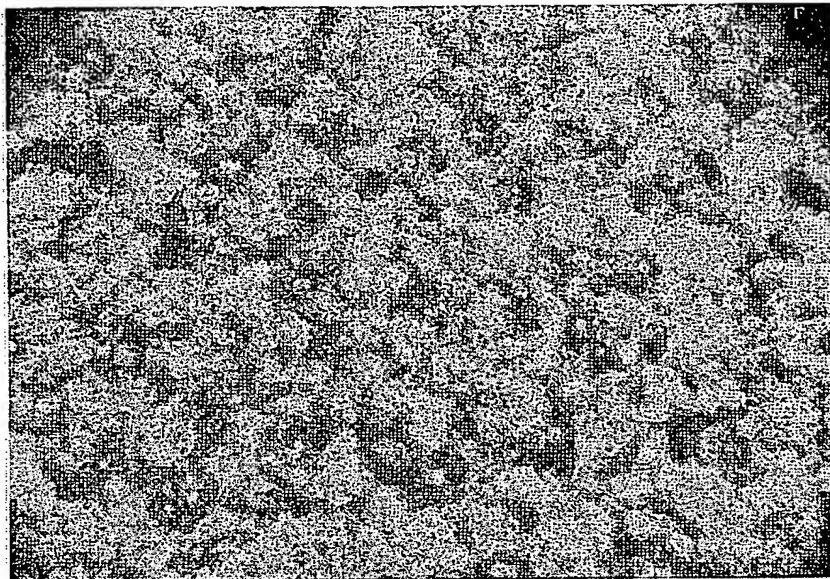
【図 4】



【図 5】



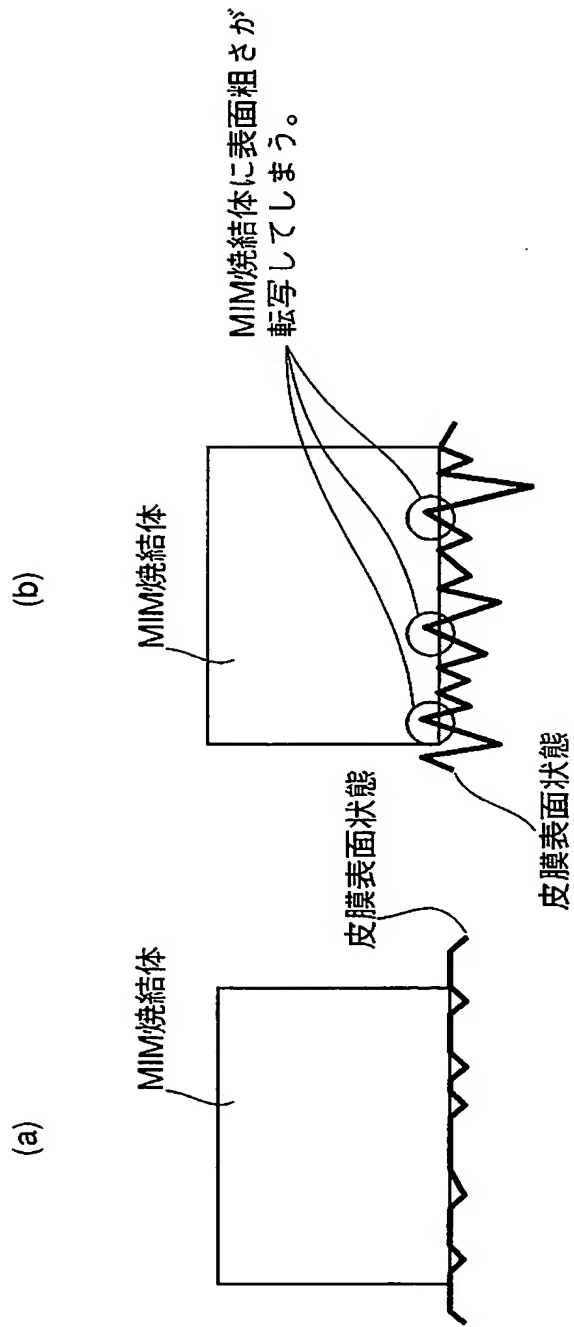
【図 6】



(×150)

【図 7】

MIM焼結体への皮膜表面粗さの影響を示す模式図



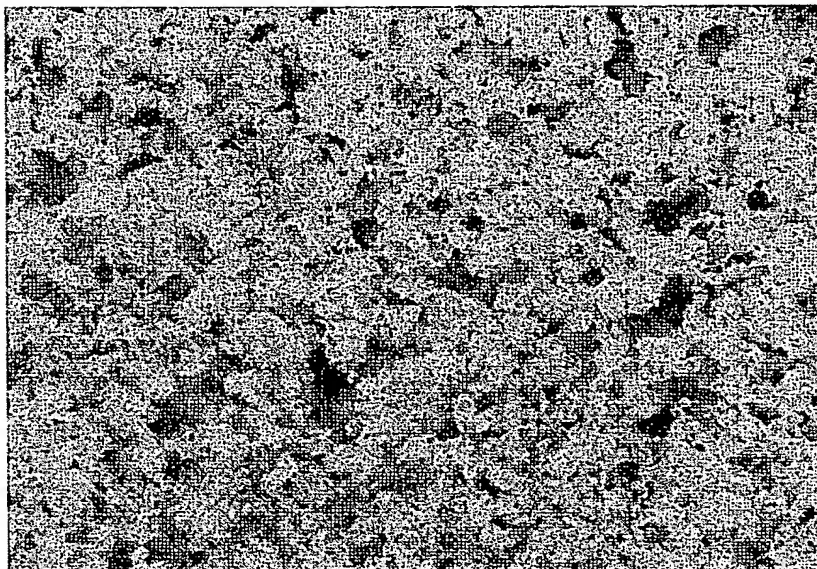
参考例に係る試料 17

本発明試料8

【図 8】

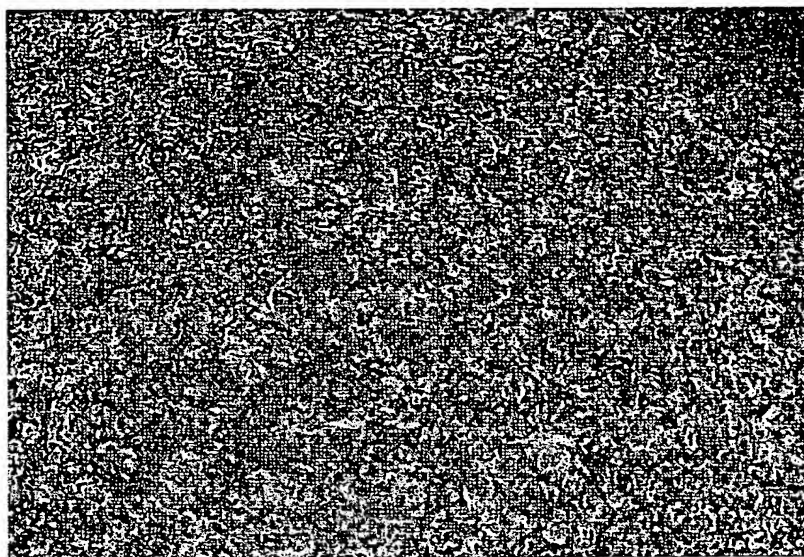
酸化物 Al_2O_3 における熱処理後の表面状態の比較

(a)



Al_2O_3 75 μm の熱処理温度 1800°C の表面状態

(b)



Al_2O_3 1 μm 熱処理温度 1800°C の表面状態

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 板厚さを薄く出来、且つ、加熱及び冷却に使われるエネルギーを大幅に節約することが可能で経済的効果が大きい高融点金属材料と、その製造方法と、それを用いた焼成用板を提供すること。

【解決手段】 酸化物皮膜層を備えた焼成用板は、モリブデン、タングステン、モリブデン基及びタングステン基合金による金属材料に於いて少なくとも一つの面以上にアルミナ (Al_2O_3)、シリカ (SiO_2)、ジルコニア (ZrO_2)、イットリア (Y_2O_3)、チタニア (TiO_2)、マグネシア (MgO)、及びカルシア (CaO) のうちこれらの少なくとも一種または2種以上を混合したものが溶着され、その溶着面は下地素材が露出していない。

【選択図】 図3

特願 2 0 0 3 - 0 4 7 9 8 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 2 2 0 1 0 3]

1. 変更年月日
[変更理由]

2 0 0 0 年 1 0 月 1 6 日

名称変更

住所変更

住 所
氏 名

東京都台東区北上野二丁目 2 3 番 5 号
株式会社アライドマテリアル